

Express Mail Label No.

Dated: \_\_\_\_\_

10/531813  
JC12 Rec'd PCT/PTC 18 APR 2005

Docket No.: 09864/0202607-US0 (PATENT)

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Patent Application of:  
Takashi Nakai et al.

Application No.: Not Yet Known

Confirmation No.: Not Yet Known

Filed: Concurrently Herewith

Art Unit: Not Yet Known

For: METHOD FOR FORMING COMPACT FROM  
POWDER AND MOLD APPARATUS FOR  
POWDER MOLDING

Examiner: Not Yet Assigned

**AFFIRMATION OF PRIORITY CLAIM**

Mail Stop PCT  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Dear Sir:

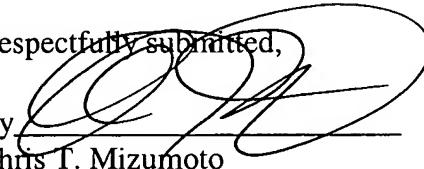
Applicants hereby claim priority under 35 U.S.C. 119 based on the following prior foreign application filed in the following foreign country on the date indicated:

Country	Application No.	Date
Japan	2002-338621	November 21, 2002

A certified copy of the aforesaid Japanese Patent Application was received by the International Bureau on January 9, 2004 during the pendency of International Application No. PCT/JP2003/014643. A copy of Form PCT/IB/304 is enclosed.

Dated: April 18, 2005

Respectfully submitted,

By   
Chris T. Mizumoto

Registration No.: 42,899  
DARBY & DARBY P.C.  
New York, New York 10150-5257  
(212) 527-7700/(212) 753-6237 (Fax)  
Attorneys/Agents For Applicants

Recd PCT/PTO 18 APR 2003  
PCT/JP 03/14643

10/531813 18.11.03

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

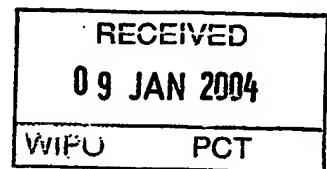
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年11月21日

出願番号  
Application Number: 特願2002-338621  
[ST. 10/C]: [JP 2002-338621]

出願人  
Applicant(s): 三菱マテリアル株式会社

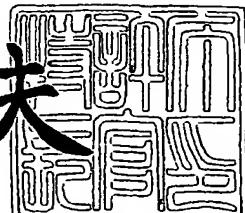


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年12月18日

特許長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 3263202Y21  
【提出日】 平成14年11月21日  
【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿  
【国際特許分類】 B22F 3/02  
**【発明者】**  
【住所又は居所】 新潟県新潟市小金町3丁目1番1号 三菱マテリアル株式会社新潟製作所内  
【氏名】 中井 崇  
**【発明者】**  
【住所又は居所】 新潟県新潟市小金町3丁目1番1号 三菱マテリアル株式会社新潟製作所内  
【氏名】 川瀬 欣也  
**【特許出願人】**  
【識別番号】 000006264  
【氏名又は名称】 三菱マテリアル株式会社  
**【代理人】**  
【識別番号】 100080089  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 牛木 譲  
【電話番号】 03-5283-7566  
**【手数料の表示】**  
【予納台帳番号】 010870  
【納付金額】 21,000円  
**【提出物件の目録】**  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9704489

特願2002-338621

ページ： 2/E

【プルーフの要否】 要

出証特2003-3105034

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法。

【請求項2】 前記潤滑剤は、オキソ酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項3】 前記潤滑剤は、りん酸系金属塩、硫黄酸系金属塩、ほう酸系金属塩、けい酸系金属塩、タングステン酸系金属塩、有機酸系金属塩、窒素酸系金属塩又は炭酸系金属塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項4】 前記潤滑剤は、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、又はりん酸リボフラビンナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項5】 前記潤滑剤は、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号、食用黄色5号、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、又はアスコルビン酸硫酸エステルナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項6】 前記潤滑剤は、四ほう酸カリウム、又は四ほう酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項7】 前記潤滑剤は、けい酸カリウム、又はけい酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項8】 前記潤滑剤は、タングステン酸カリウム、又はタングステン酸

ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項9】 前記潤滑剤は酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、アスコルビン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、又はステアリン酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項10】 前記潤滑剤は、硝酸カリウム、又は硝酸ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項11】 前記潤滑剤は、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、又は炭酸水素ナトリウムであることを特徴とする請求項3記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項12】 前記潤滑剤は、請求項2～11記載の潤滑剤を1種または2種以上用いたことを特徴とする請求項1記載の粉末成形方法。

【請求項13】 前記溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、前記晶出層の厚みが前記潤滑剤の1分子により形成される濃度以上で飽和濃度未満で水に完全に溶解させたことを特徴とする請求項2～12記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項14】 前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であることを特徴とする請求項13記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項15】 前記潤滑剤に、防腐剤を添加したことを特徴とする請求項2～14のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項16】 前記潤滑剤に、消泡剤を添加したことを特徴とする請求項2～15のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項17】 前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したことを特徴とする請求項2～16のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項18】 前記溶媒がアルコールまたはケトンであることを特徴とする請求項17記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項19】 前記潤滑剤に、ハロゲン族元素を含ませないことを特徴とする請求項2～18のいずれか1項に記載の粉末成形体の成形方法。

【請求項20】 粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パン

チと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置。

**【請求項21】** 粉末成形体の側面を形成する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する湿度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、原料粉末を粉末成形金型に充填して成形する粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置に関する。

##### 【0002】

#### 【従来の技術】

焼結部品の製造に用いる圧粉体は、Fe系、Cu系等といった原料粉末を成形型内で加圧成形することにより形成され、この後焼結の工程を経て焼結体を作製する。そして、成形工程では、成形型を用いてプレスで加圧して成形体を成形する。このプレスのときには、成形体と成形型との間には摩擦が発生する。このため粉末混合時にステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸リチウム等の、水に不溶性の脂肪酸系潤滑剤を添加し、潤滑性を付与している。

##### 【0003】

しかしながら、このような原料粉末に潤滑剤を混合する方法では成形体の密度を向上するには限界がある。そこで、高密度の成形体を得るために、原料粉末に添加する潤滑剤を減らし、成形型に、原料粉末に添加するものと同一の潤滑剤を塗付し、潤滑性の不足を補うことができる粉末成形体の成形方法が提案されている（例えば、特許文献1参照。）。

**【0004】**

この従来の成形方法は、加熱された金型の内面に、水に分散されている高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する塗布工程と、前記金型に金属粉末を充填し、前記高級脂肪酸系潤滑剤が該金属粉末と化学的に結合して金属石鹼の被膜を生成する圧力で該金属粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含む粉末成形体の成形方法であって、加熱され、内面にステアリン酸リチウムのような高級脂肪酸系潤滑剤が塗布された金型を用いて、この金型に加熱された金属粉末を充填して、この金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤とが化学的に結合して金属石鹼の被膜が生成される圧力でこの金属粉末を加圧成形すると、金属石鹼の被膜が金型の内面表面に生じ、その結果金属粉末の成形体と金型との間の摩擦力が減少し、成形体を抜出す圧力が少なくて済むことができるというものである。

**【0005】**

また、成形用の金型に、原料粉末に添加するものと同一の潤滑剤を使用するため、水に不溶性の潤滑剤を使用することとなり、金型に塗付する潤滑剤は固体粉末の状態で塗付することとなる。このため、潤滑剤の粉末を静電塗付したり、水に界面活性剤で分散させて乾燥塗付する方法も知られている。

**【0006】****【特許文献1】**

特許第3309970号公報（段落0012, 0013）

**【0007】****【発明が解決しようとする課題】**

前記特許文献1等の従来技術においては、水に分散されている潤滑剤の固体粉末の状態、すなわち潤滑剤の固体粉末が水中に散在して混合した状態で成形型に塗布されているため、緻密な皮膜が形成されず、安定した成形体の生産が困難となるという問題がある。

**【0008】**

そこで、本発明は、成形部に緻密な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得ることができる粉末成形体の成形方法及び粉末成形金型装置を提供することを目的とする。

**【0009】****【課題を解決するための手段】**

本発明の請求項1は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法である。

**【0010】**

また、請求項2～12の本発明は前記潤滑剤をオキソ酸系金属塩の群のうちから1種または2種以上を用いるもの、さらに、請求項13の本発明の前記溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、前記晶出層の厚みが前記潤滑剤の1分子により形成される濃度以上で飽和濃度未満で水に完全に溶解させたものであると共に、請求項14の本発明は前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であるものである。

**【0011】**

さらに、請求項15の本発明は前記潤滑剤に、防腐剤を添加したもの、また請求項16の本発明は前記潤滑剤に消泡剤を添加したもの、また請求項17の本発明は前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したものであると共に、請求項18の本発明は前記水溶性の溶媒が、アルコール又はケトンであるもの、また請求項19の本発明は前記潤滑剤にハロゲン族元素を含ませないものである。

**【0012】**

このような粉末成形体の成形方法においては、例えば、成形体の摩擦面に、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム等の水溶液のりん酸系金属塩を1PPM以上飽和温度未満で水に完全に溶け込んで均一な相になるように溶解させた後、成形部の表面に付着、蒸発させることにより、潤滑剤の結晶が成長して晶出層が形成されるものである。

**【0013】**

また、請求項20の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫

通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く制御する温度制御手段を設けたことを特赦とする粉末成形金型装置である。

#### 【0014】

また、請求項21の発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発温度より高く、かつ前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置である。

#### 【0015】

この請求項20又は請求項21の構成によれば、成形型本体の貫通孔と、該貫通孔に嵌合する下パンチとで形成された成形部に原料粉末を充填する前に、潤滑剤の溶液を加熱された前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部の周囲に前記潤滑剤の晶出層を緻密に形成する。この後、原料粉末を充填した後に前記貫通孔に上方から上パンチを嵌合して粉末成形体を成形するものである。

#### 【0016】

##### 【発明の実施形態】

以下、本発明の一実施形態を添付図を参照して説明する。図1は第1工程を示しており、同図において、1は後述する圧粉体たる粉末成形体Aの側面を成形する成形型本体たるダイ2に形成した貫通孔であり、該貫通孔2の下方より下パンチ3が嵌合され、一方貫通孔2の上方より上パンチ4が嵌合されるようになっている。さらに、ダイ2の上面に原料粉末Mを供給する原料供給体たるフィーダー5が摺動自在に設けられている。さらに、貫通孔2の上方に潤滑剤の溶液Lを噴霧して溶液Lを成形部1Aに付着する付着手段たる噴霧部6が設けられており、該噴霧部6は貫通孔2に臨むように設けられると共に、溶液Lのタンク（図示せず）に自動開閉弁（図示せず）を介して接続されている。また、貫通孔1と該貫通孔1に嵌合した下パンチ3とで画成される粉末成形体Aの成形部1Aの周囲に

ヒータ7と温度検出部8が設けられ、そして、これらヒータ7と温度検出部8は温度制御手段たる温度制御装置9に接続され、該温度制御装置9により貫通孔2の温度を溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の溶融温度よりも低く制御するようになっている。

#### 【0017】

そして、第1工程においては、予め温度制御装置9により制御されたヒータ7の熱により貫通孔1の周面は溶液Lの蒸発温度より高く、かつ潤滑剤の溶融温度よりも低く設定されている。そして、貫通孔1に下パンチ3が嵌合して成形部1Aが形成されている状態で、自動開閉弁を開いて噴霧部6より潤滑剤の溶液Lを、ヒータ7により加熱されたダイ2の成形部1Aに吹き付けて付着させる。この結果、溶液Lは蒸発、乾燥して貫通孔1の周面には結晶が成長して前記潤滑剤の晶出層Bが均一に形成される。

#### 【0018】

次に図2の第2工程に示すように、フィーダー5が前進して原料粉末Mを成形部1Aに落下させて充填する。次に図3の第3工程に示すように、ダイ2を下方に移動させると共に、貫通孔1の成形部1Aに上方から上パンチ4を挿入し、上パンチ4と下パンチ3とで挟むようにして原料粉末Mを圧縮する。この時、下パンチ3は、下端が固定されており動かないようになっている。そして、この第3工程において、原料粉末Mは、潤滑剤により形成されている晶出層Bに潤滑状態で圧縮される。

#### 【0019】

このように加圧成形された粉末成形体Aは、ダイ2がさらに下方に下がり、図4の第4工程で示すように下パンチ3の上面がダイ2の上面と略同じ高さになったとき取り出し可能となる。この取り出しの際ににおいても、潤滑剤により形成されている晶出層Bに粉末成形体Aは潤滑状態で接触する。このようにして、粉末成形体Aが取出された後、再び第1工程に戻って再び成形部1Aに溶液Lが噴霧されて晶出層Bが形成された後に、原料粉末Mが成形部1Aに充填されるものである。

#### 【0020】

以下に、実施例及び比較例を表1～3により説明する。表1～3における実施例及び比較例は、いずれも原料粉末として鉄粉（平均粒径90 $\mu\text{m}$ ）に、潤滑剤としてステアリン酸リチウム（平均粒径5 $\mu\text{m}$ ）を0.2重量%添加したものを回転混合機で30分混合したものを用い、加圧面積1 $\text{cm}^2$ の円柱を成形する成形型に、前記混合した原料粉末を7g充填し、この後8t/ $\text{cm}^2$ の成形圧力で粉末成形体を連続で100個成形したものである。そして、実施例のものでは、水溶性潤滑剤を水に溶解した溶液を150°Cに加熱された成形型の成形部に付着させた後に、蒸発、乾燥させて晶出層を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例1は、ステアリン酸リチウム（平均粒径5 $\mu\text{m}$ ）をアセトンに分散させたものを150°Cに加熱された成形型の成形部に付着させた後に、乾燥させて被膜を形成し、この後に、原料粉末を充填するようにしたものである。比較例2は成形型には潤滑剤を用いない場合である。表中の密度のRは、連続100個成形した成形体密度の最大値と最小値の差である。

### 【0021】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9
成形潤滑成分	りん酸水素2カリウム	りん酸水素2ナトリウム	りん酸ナトリウム	ポリリン酸ナトリウム	りん酸リボフルビンナトリウム	硫酸カリウム	亜硫酸ナトリウム	チオ硫酸ナトリウム	ドデシル硫酸ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均拔出圧力	6kN	8kN	6kN	8kN	20kN	18kN	20kN	18kN	16kN
平均成形体密度	7.56g/cm³	7.55g/cm³	7.56g/cm³	7.54g/cm³	7.50g/cm³	7.52g/cm³	7.50g/cm³	7.51g/cm³	7.53g/cm³
密度のR	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.03

【0022】

【表2】

	実施例 1 0	実施例 1 1	実施例 1 2	実施例 1 3	実施例 1 4	実施例 1 5	実施例 1 6	実施例 1 7	実施例 1 8
成形潤滑成分	ドテシルベンゼン硫酸ナトリウム	食用青色 1号	食用黄色 5号	アスコルビン酸カルボニル酸エカルトリウム	四ほう酸ナトリウム	けい酸ナトリウム	タンクスチン酸ナトリウム	酢酸ナトリウム	安息香酸ナトリウム
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水
潤滑成分の形態	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解	溶解
濃度	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%	1%
成形温度	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
平均抜き圧力	16kN	16kN	20kN	8kN	8kN	10kN	12kN	18kN	10kN
平均成形体密度	7.53 g/cm³	7.53 g/cm³	7.51 g/cm³	7.54 g/cm³	7.54 g/cm³	7.54 g/cm³	7.53 g/cm³	7.51 g/cm³	7.54 g/cm³
密度の R	0.02	0.03	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03	0.02	0.02

特願2002-338621

ページ： 12/

【0023】

【表3】

出証特2003-3105034

	実施例 2 0	実施例 2 1	実施例 2 2	実施例 2 3	実施例 2 4	実施例 2 5	実施例 2 5	比較例 1 ステアリ ン酸リチ ウム	比較例 2 硝酸カリ ウム	比較例 2 なしひ ウム
成形潤滑成分	アスコルビン酸ナトリウム	ステアリン酸カリウム	炭酸ナトリウム	炭酸水素ナトリウム						
溶媒	水	水	水	水	水	水	水	アセトン		
潤滑成分の形態	溶解	分散								
濃度	1 %	0. 2 %	0. 5 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	
成形温度	150°C	150°C	150°C							
平均拔出圧力	16 kN	16 kN	14 kN	18 kN	18 kN	20 kN	20 kN	22 kN	22 kN	32 kN
平均成形体密度	7. 53 g/cm <sup>3</sup>	7. 52 g/cm <sup>3</sup>	7. 53 g/cm <sup>3</sup>	7. 51 g/cm <sup>3</sup>	7. 52 g/cm <sup>3</sup>	7. 51 g/cm <sup>3</sup>	7. 51 g/cm <sup>3</sup>	7. 50 g/cm <sup>3</sup>	7. 48 g/cm <sup>3</sup>	
密度のR	0. 02	0. 04	0. 04	0. 03	0. 02	0. 04	0. 04	0. 20	0. 16	

**【0024】**

表1～3の比較結果として、実施例では、成形型より圧粉体を抜き出す抜出圧力は、比較例1の抜出圧力以下ですみ、また実施例では、比較例1より密度の向上を図ることができ、さらに、密度のRが非常に小さくなつた。これにより、実施例においては連続成形でも高密度の成形を安定して行うことができる。

**【0025】**

尚、前記潤滑剤は、水溶性のりん酸系金属塩として、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、りん酸リボフラビンナトリウム等の様に構造中にりん酸系の基を含むものが好適である事が表1～3からわかる。

**【0026】**

水溶性の硫黄酸塩系金属塩として、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号 ( $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$ ) 、食用黄色5号 ( $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$ ) 、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、アスコルビン酸硫酸エステルナトリウム等の様に構造中に硫酸系の基を含むものが好適である事が表1～3からわかる。

**【0027】**

水溶性のほう酸系金属塩として、四ほう酸カリウム、四ほう酸ナトリウム等の様に構造中にはほう酸系の基を含むものが好適である事が表1～3からわかる。

**【0028】**

水溶性のけい酸系金属塩として、けい酸カリウム、けい酸ナトリウム等の様に構造中にけい酸系の基を含むものが好適である事が表1～3からわかる。

**【0029】**

水溶性のタンゲステン酸系金属塩として、タンゲステン酸カリウム、タンゲステン酸ナトリウムの様に構造中にタンゲステン酸系の基を含むものが好適である

事が表1～3からわかる。

#### 【0030】

水溶性の有機酸系金属塩として、酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、アスコルビン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸ナトリウム等の様に構造中に有機酸系の基を含むものが好適である事が表1～3からわかる。

#### 【0031】

水溶性の窒素酸系金属塩として、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム等の様に構造中に窒素酸系の基を含むものが好適である事が表1～3からわかる。

#### 【0032】

水溶性の炭酸系金属塩として、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素ナトリウム等の様に構造中に炭酸系の基を含むものが好適である事が表1～3からわかる。

#### 【0033】

これらの挙げられた様な潤滑剤の1種又は2種以上を用いることができる。

#### 【0034】

そして、水溶性潤滑剤の濃度は、前記晶出層Bの厚みが前記潤滑剤の1分子により形成される濃度以上で飽和濃度未満とする。具体的には1PPM～飽和濃度とする。これは、1PPM未満では、成形型に付着する潤滑剤が多量でなければ安定して潤滑性が得られる晶出相の被膜が得難いためであり、飽和濃度以上では、潤滑剤が溶解しきれず固体となって沈殿し、噴霧部6による付着を行なう場合、噴霧部6が詰まる等の不具合が発生するためである。

#### 【0035】

また、溶解する水は、蒸留水やイオン交換水といった金属成分やハロゲン元素成分を取り除いた水が好ましい。潤滑剤の種類によっては、容易に水中の金属成分と置換して沈殿物を生成して不具合を起こす場合があり、また、ハロゲン成分が多量に含まれていた場合、圧粉体が結びやすくなったり、焼結時にダイオキシン等の有害物質が生成したりする不具合を起こす場合があるためである。

#### 【0036】

さらに、潤滑剤の種類によっては、微生物が繁殖して腐りやすいという問題があり、成分が変化したり悪臭が発生する場合があるが、防腐剤を添加することで微生物の発生を防止することができる。防腐剤には、安息香酸ナトリウム等の潤滑性を損なわず、人体に対する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが好ましい。

#### 【0037】

また、潤滑剤の種類によっては、泡が発生しやすいという問題があり、溶液Lを成形部1Aに付着させたときに、泡が発生して原料粉末が固まるおそれがあるが、アルコールやケトンといった水溶性の溶媒や消泡剤を添加することで泡の発生を防止することができる。アルコールやケトンには、エタノールやアセトン等の潤滑性を損なわず、人体に対する有害性が低く、ハロゲン元素成分を含まないものが好ましい。

#### 【0038】

アルコールやケトンといった水溶性の溶媒には、水よりも沸点や蒸発潜熱の低いものを使用することで、蒸発、乾燥時間を短くしたり、成形型本体2を高温にする必要がなくなる場合もある。

#### 【0039】

これらの潤滑剤及び添加物、溶解する水にはハロゲン元素が含まれていると、炭素成分の共存中で焼結するという鉄系の粉末冶金でよく使用される条件ではダイオキシン等の微量で毒性の高い成分の生成が懸念されるため、ハロゲン元素を含ませないことが好ましい。

#### 【0040】

成形型本体2の温度や混合した原料粉末Mは、高温にした方が乾燥時間の短縮や温間成形の効果等があるため好ましいが、不具合がなければ常温でもよい。高温にする場合は、原料粉末が固まつたり潤滑剤が金型（成形部1A）の底へ流れ落ちるため安定して温間成形することが困難であるため設定温度で溶融しない潤滑剤の選定が好ましいが、不具合がなければ半溶融状態や高粘性状態、2種以上の潤滑剤配合の1種以上が溶融状態でもよい。従来使用されていたステアリン酸亜鉛は約120°C、ステアリン酸リチウムは約220°Cで溶融するためそれ以上の

温度で安定して温間成形することが困難であったが、本発明の潤滑剤の中には220°C以上で溶融しないものは多数存在し、中には1000°Cを超えても溶融しないものも含まれているため、金型（成形部1A）の耐熱温度や原料粉末の酸化温度ぎりぎりまで高温にして容易に安定して温間成形することが可能である。但し、その場合は、原料粉末の流動性の問題等があるため、混合した原料粉末Mに添加する潤滑剤も高温で溶けないもの、例えば、本発明の潤滑剤を粉末状にしたものや固体潤滑剤である黒鉛や2硫化モリブデン等にしたり、潤滑剤を入れずに成形型潤滑だけで成形した方が好ましい。

#### 【0041】

以上のように、前記実施形態では、成形型本体2に形成した成形部1Aに原料粉末Mを充填した後に、下、上パンチ3，4を前記成形部1Aに嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末Mを充填する前に、潤滑剤を溶媒に均一な相となるように溶解した溶液Lを前記成形部1Aに付着させ、該溶液Lを蒸発させて前記成形部1Aに結晶を形成させて晶出層Bを形成することにより、成形部1Aの周面に緻密な潤滑用の層Bが形成され、粉末成形体Aの成形部1Aからの抜出圧力を低減できると共に、粉末成形体Aの密度も向上することができる。

#### 【0042】

また、粉末成形体Aの側面を成形する貫通孔を有する成形型本体2と、前記貫通孔1に下方から嵌合する下パンチ3と、前記貫通孔1に上方から嵌合する上パンチ4と、前記貫通孔1に臨む潤滑剤の溶液Lの噴出部6と、前記貫通孔1と該貫通孔1に嵌合した下パンチ3とで画成される粉末成形体Aの成形部1Aの周囲に設けるヒータ7と、該ヒータ7を前記溶液Lの蒸発温度より高く、かつ必要に応じて前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する温度制御手段9を設け、成形部1Aに原料粉末Mを充填する前に、潤滑剤の溶液Lを加熱された前記成形部1Aに付着させ、該溶液Lを蒸発させて前記成形部1Aの周囲に前記潤滑剤の晶出層Bを緻密に形成することにより、成形部1Aの周面に緻密な潤滑用の層Bが形成され、粉末成形体Aの成形部1Aからの抜出圧力を低減できると共に、粉末成形体Aの密度も向上し、さらに安定して連続成形することができる。

**【0043】**

尚、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨の範囲内において、種々の変形実施が可能である。また、前記実施形態において潤滑剤を溶媒に溶解した溶液とは、潤滑剤を溶媒に一部でも溶解したものを含んでいるものでもよい。また、前記原料粉末を充填する前に、前記溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成した後にパンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形するものであるが、前記原料粉末を充填する前に必ず溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成する必要はなく、例えば始めの粉末成形体の成形後に、溶液を前記成形部に付着させずに始めの晶出層を利用してそのまま原料粉末を充填して次の成形を行い、次に3回目の原料粉末を充填する前に溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に2回目の晶出層を形成するように断続的な連続により溶液を前記成形部に付着させるようにしてもよい。

**【0044】****【発明の効果】**

本発明の請求項1は、成形型本体に形成した成形部に原料粉末を充填した後に、パンチを前記成形部に嵌合して粉末成形体を成形する粉末成形体の成形方法において、前記原料粉末を充填する前に、潤滑剤を溶媒に溶解した溶液を前記成形部に付着させ、該溶液を蒸発させて前記成形部に晶出層を形成することを特徴とする粉末成形体の成形方法であり、成形部に緻密な潤滑のための晶出層を形成できることにより、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができる。

**【0045】**

また、請求項2の本発明は、前記潤滑剤を、オキソ酸系金属塩とするものである。

**【0046】**

また、請求項3の本発明は、前記潤滑剤を、りん酸系金属塩、硫黄酸系金属塩、ほう酸系金属塩、けい酸系金属塩、タンゲステン酸系金属塩、有機酸系金属塩、窒素酸系金属塩又は炭酸系金属塩とするもの、請求項4の本発明は、前記潤滑

剤を、りん酸水素2カリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸3ナトリウム、ポリりん酸カリウム、ポリりん酸ナトリウム、りん酸リボフラビンカリウム、又はりん酸リボフラビンナトリウムとするもの、請求項5の本発明は、前記潤滑剤を、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸ナトリウム、チオ硫酸カリウム、チオ硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸カリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼン硫酸カリウム、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、食用青色1号、食用黄色5号、アスコルビン酸硫酸エステルカリウム、又はアスコルビン酸硫酸エステルナトリウムとするものである。

#### 【0047】

請求項6の本発明は、前記潤滑剤を、四ほう酸カリウム、又は四ほう酸ナトリウムとするもの、請求項7の本発明は、前記潤滑剤を、けい酸カリウム、又はけい酸ナトリウムとするもの、請求項8の本発明は、前記潤滑剤を、タングステン酸カリウム、又はタングステン酸ナトリウムとするもの、請求項9の本発明は、前記潤滑剤を、酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸ナトリウム、アスコルビン酸カリウム、アスコルビン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、又はステアリン酸ナトリウムとするもの、請求項10の発明は、前記潤滑剤を、硝酸カリウム、又は硝酸ナトリウムとするもの、請求項11の本発明は、前記潤滑剤を、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、又は炭酸水素ナトリウムである。さらに、請求項12の本発明は、請求項2～11記載の潤滑剤を1種又は2種以上用いたもの、さらに、請求項13の本発明においては、前記溶液は、水溶性の前記潤滑剤を、前記晶出層の厚みが前記潤滑剤の1分子により形成される濃度以上で飽和濃度未満で水に完全に溶解させたものであると共に、請求項14の本発明は前記潤滑剤が、カリウム塩又はナトリウム塩であるものであり、さらに請求項15の本発明は前記潤滑剤に、防腐剤を添加したもの、また請求項16の本発明は前記潤滑剤に、消泡剤を添加したもの、また、請求項17の本発明は前記潤滑剤に、水溶性の溶媒を添加したものであると共に、請求項18の本発明は前記水溶性の溶媒が、アルコール又はケトンであるもの、請求項19の本発明は前記潤滑剤に、ハロゲン元素を含ませないものであり、いずれも成形部に緻密な潤滑のための晶出層を確実に形成できる。

**【0048】**

また、請求項20、請求項21の本発明は、粉末成形体の側面を成形する貫通孔を有する成形型本体と、前記貫通孔に下方から嵌合する下パンチと、前記貫通孔に上方から嵌合する上パンチと、前記貫通孔に臨む潤滑剤の溶液の噴出部と、前記貫通孔と該貫通孔に嵌合した下パンチとで画成される粉末成形体の成形部の周囲に設けるヒータと、該ヒータを前記溶液の蒸発濃度より高く、かつ必要に応じて前記潤滑剤の溶融温度よりも低く制御する温度制御手段を設けたことを特徴とする粉末成形金型装置であり、成形部に潤滑剤の溶液による晶出層を確実に形成して、粉末成形体の取出し圧力を小さくしたり、また粉末成形体の密度の向上を図ることができ、さらに安定して連続成形することができる。

**【図面の簡単な説明】****【図1】**

本発明の一実施形態を示す第1工程の断面図である。

**【図2】**

本発明の一実施形態を示す第2工程の断面図である。

**【図3】**

本発明の一実施形態を示す第3工程の断面図である。

**【図4】**

本発明の一実施形態を示す第4工程の断面図である。

**【符号の説明】**

- 1 貫通孔
- 1A 成形部
- 2 成形型本体
- 3 下パンチ
- 4 上パンチ
- 6 噴出部
- 7 ヒータ
- 9 温度制御装置
- A 粉末成形体

B 晶出層

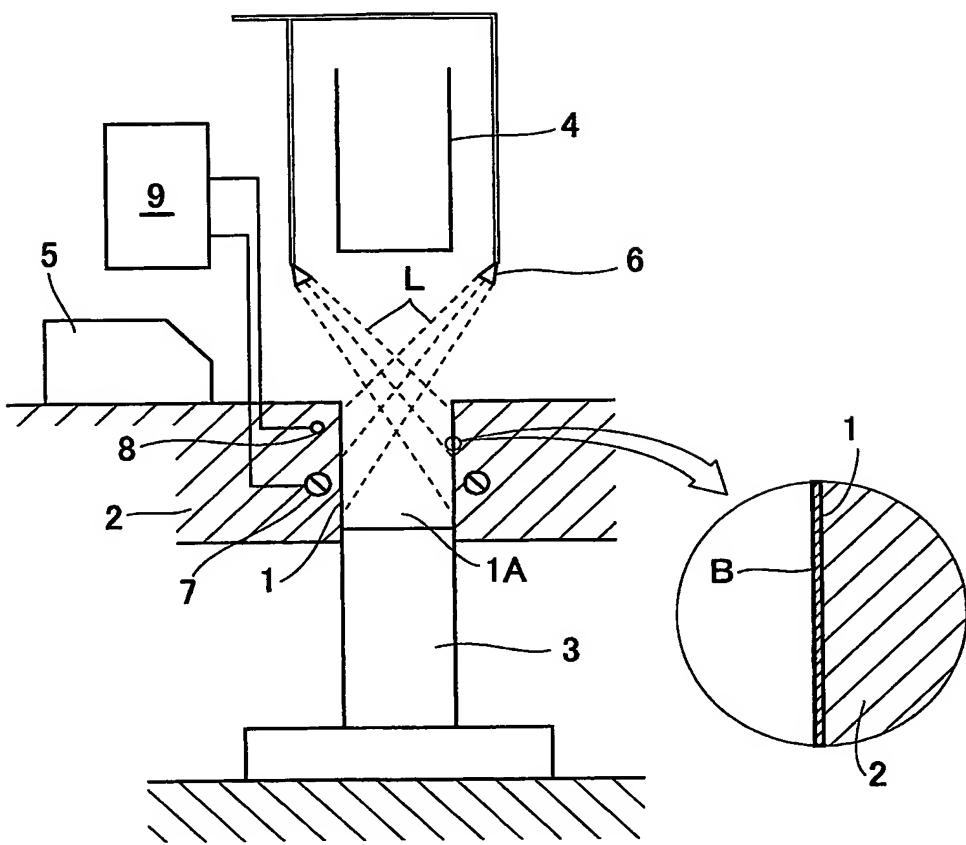
L 溶液

M 原料粉末

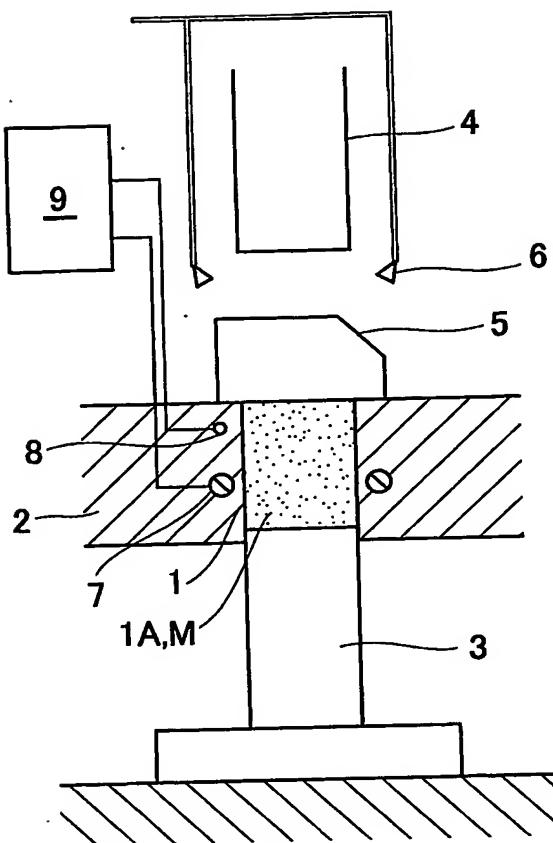
【書類名】

図面

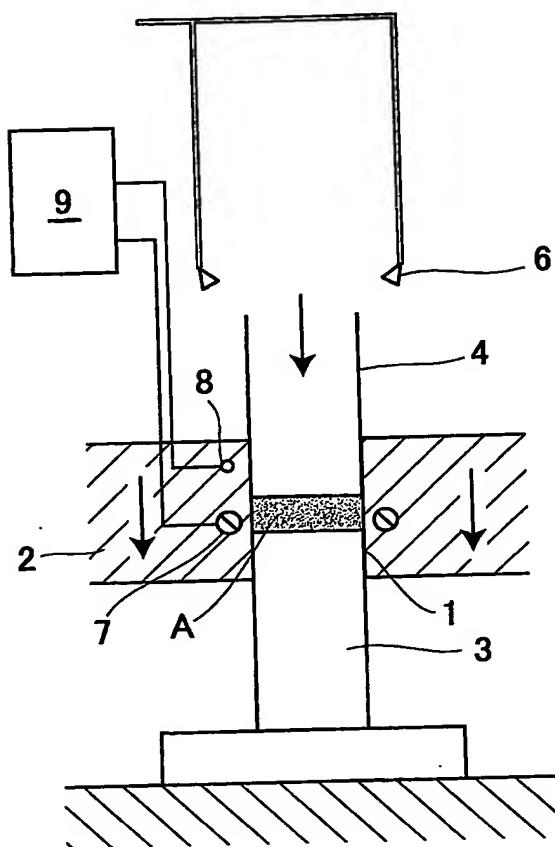
【図1】



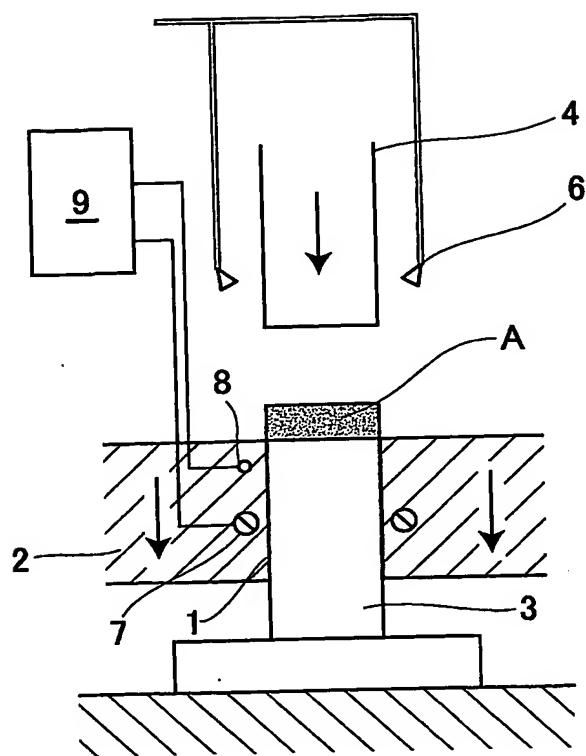
【図2】



【図3】



【図4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 成形部に緻密な潤滑剤による皮膜を形成して、高密度の粉末成形体を安定して得るようにする。

【解決手段】 成形型本体2に形成した成形部1Aに原料粉末を充填した後に、下、上パンチ3、4を成形部1Aに嵌合して粉末成形体を成形する。原料粉末Mを充填する前に、潤滑剤を溶媒に均一な相となるように溶解した溶液Lを成形部1Aに付着させ、該溶液Lを蒸発させて成形部1Aに結晶を形成させて晶出層Bを形成する。成形部1Aの周面に緻密な潤滑用の層Bが形成され、粉末成形体Aの成形部1Aからの抜出圧力を低減できると共に、粉末成形体Aの密度も向上することができ、さらに安定して連続成形することができる。

【選択図】 図1

特願2002-338621

出願人履歴情報

識別番号

[000006264]

1. 変更年月日  
[変更理由]

1990年12月11日

名称変更

住所変更

東京都千代田区大手町1丁目6番1号

三菱マテリアル株式会社

住 所  
氏 名

2. 変更年月日  
[変更理由]

1992年 4月10日

住所変更

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

三菱マテリアル株式会社

住 所  
氏 名